

F1000096903B



## (B) (11) KUULUTUSJULKAISU UTLÄGGNINGSSKRIFT

96903

### C (45) Patentti myönnetty Patent meddelat 10 00 1006

(51) Kv.1k.6 - Int.c1.6

G 01N 27/62, 27/00

#### SUOMI-FINLAND

(21) Patenttihakemus - Patentansökning

930122

(FI)

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag

12.01.93

(24) Alkupäivä - Löpdag

12.01.93

Patentti- ja rekisterihallitus

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig

13.07.94

Patent- och registerstyrelsen

(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. – Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 31.05.96

(71) Hakija - Sökande

1. Environics Oy, Työmiehenkatu 2, 50100 Mikkeli. (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Paakkanen, Heikki, Sairaalakatu 5 A 26, 70110 Kuopio, (FI)

2. Kärpänoja, Esko, Saukonkuja 6 A, 50170 Mikkeli, (FI)

3. Kättö, Tero, Kaituentie 27 B 26, 50160 Mikkeli, (FI)

4. Karhapää, Tarmo, Pellontorpantie 10 B 7, 50100 Mikkeli, (FI)

5. Oinonen, Asko, Piisaminkuja 1 A 10, 50190 Mikkeli, (FI)

6. Salmi, Hannu, Piilopirtintie 3, 50100 Mikkeli, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: Keijo Heinonen Oy

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

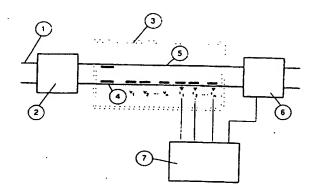
Menetelmä kaasun vierasainepitoisuuden määrittämiseksi ja laitteisto sitä varten Förfarande för bestämning av halten av främmande ämne i gas och apparatur härför

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

US A 4670405 (G 01N 27/16), US A 5025653 (G 01N 27/00), US A 4485666 (G 01N 27/16), WO A 92/10751 (G 01N 33/00)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksinnön kohteena on menetelmä kaasun vierasainepitoisuuden havaitsemiseksi, jossa menetelmässä kaasu johdetaan virtauskanavaan (1), jossa kaasu suodatetaan ja lämmitetään, jonka jälkeen kaasu ohjataan mittauskennoihin (3). Keksinnölle on tunnusomaista, että kaasun analysoimiseksi käytetään rinnakkain tai peräkkäin sijoitettua ainakin yhtä ionisaatio- ja ainakin yhtä puolijohdekennoa (3, 6) samanaikaisesti.



Uppfinningen avser en metod att upptäcka halter av främmande kroppar i gas, i vilken metod gasen leds till en flödeskanal (1) i vilken gasen filtreras och uppvärms, varefter gasen leds till mätcellerna (3). Uppfinningen karakteriseras av att för analyseringen av gasen användes samtidigt åtminstone en joniseringscell och åtminstone en halvledarcell (3, 6) som placerats parallellt eller efter varandra.

MENETELMÄ KAASUN VIERASAINEPITOISUUDEN MÄÄRITTÄMISEKSI JA LAITTEISTO SITÄ VARTEN

Tämän keksinnön kohteena on menetelmä kaasun vierasainepitoisuuden määrittämiseksi ja laitteisto sitä varten.

10

15

20

Vierasaineita tutkitaan ja niiden pitoisuus määritetään ilman hengityskelpoisuuden valvomiseksi. Kun kaasusta määritetään tiettyjä jo hyvin pienissä määrin myrkyllisiä aineita, voivat ilman muut aineosat häiritä havaitsemista. Erilaisten aineosien, kuten hiilidioksidin, pitoisuudet saattavat vaihdella ilmassa. Usein kaasusta tai höyrystettyjen kiinteiden tai nestemäisten aineiden höyrystä suoritettavien erilaisten molekyylien tai molekyyliryhmien havaitsemiseen liittyy ongelmia. Varsinkin ilmassa olevien myrkyllisten aineiden, hengitysilmaan levitettyjen hermokaasujen, havaitseminen jo niiden pienissä pitoisuuksissa nopeasti ja luotettavasti on ollut ongelmallista. Havainnot pitäisi saada jo muutamassa sekunnissa. Tehokkaimmat hermokaasut pitäisi havaita jo pitoisuudessa 1/100 ppm.

Herkimmät analyysilaitteet perustuvat ilman ionisoimiseen esim. alfa- tai beetasäteilyllä ja ionien mittaamiseen eri olosuhteissa. Eräässä tavassa näin muodostuneet ionit pannaan vaeltamaan tietynlaisen labyrintin läpi ja jäljelle 25 jääneet ionit mitataan niiden aiheuttaman virran perusteella. Toisessa tavassa muodostuneiden ionien liikkuvuutta erilaisten hilojen läpi tutkitaan ja lopuksi mitataan ionivirta. Näillä kahdella menetelmällä yleensä havaitaan 30 ilmasta hyvin raskaat molekyylit, kuten useimmat taistelukaasut. Eräässä menetelmässä ionisoidut molekyylit johdetaan erilaisia sähkökenttiä omaavien kammioiden läpi, jonka jälkeen havainnoidaan mittauselektrodeilta virta, jonka perusteella saadaan vierasaineiden molekyylien laatu ja 35 määrä tunnistettua.

Tällainen nopea ja luotettava menetelmä on esitetty FI-

patentissa 75055. Menetelmässä kaasun vierasainepitoisuuden määrittämiseksi kaasu ja sen sisältämät aineet ionisoidaan ionisaatiotilassa. Ne johdetaan kapeaan analysaattorikanavaan, jossa ne joutuvat kapillaarivaikutuksesta kulkemaan kanavan keskiosassa. Sieltä ne edelleen poikkeutetaan 5 erisuurien jännitteiden aiheuttamien sähkökenttien avulla kanavan reunassa olevaan elektrodiin, jossa ne aiheuttavat ionivirran. Ionivirtojen perusteella tehtävällä virtaspektrillä tunnistetaan eri aineet ja määritetään ionien pitoisuudet kaasusta vertaamalla niitä eri aineiden standar-10 dinäytteistä saatuihin vastaaviin spektreihin. On myös esitetty sellainen ratkaisu, jossa kaasun sisältämät ionit erotetaan separaattoriosassa ennen mittausta positiivisiin ja negatiivisiin ioneihin, joista toisenmerkkiset ionit 15 analysoidaan.

DE-patenttijulkaisussa 2028805 on esitetty menetelmä pienten höyrymäärien ilmaisemiksi, jotka läpikäyvät ionimolekyylireaktioita, ja kaasunäytteissä olevien pienten aineiden molekyylimäärien erottamiseksi, väkevöittämiseksi ja mittaamiseksi. Sähkökentässä, joka on olennaisesti yhdensuuntainen kaasuvirran suhteen ilmaisinkammioon järjestettyjen kahden elektrodin välillä, ilmaisu ja mittaus on toteutettu hyödyntämällä eroa kaasuvirtaan tuotetussa sähkökentässä erimassaisten ionien nopeudessa ja kulkuajassa. Sähkökenttä saa aikaan primaari-ionien kulkeutumisen kaasuvirran suhteen suorakulmaisesti ja yhdensuuntaisesti elektrodien välille asetettuja lukuisia ioniportteja kohti, jonka aikana primaari-ionit reagoivat havainnoitavien kaasumolekyylien kanssa, muuttaen molekyylit sekundaarisiksi tai tuote-ioneiksi, tällä tavalla ionit mitataan ja luokitetaan niiden massan mukaan.

20

25

30

EP-hakemusjulkaisusta 21 518 on tunnettu edellisen suhteen samanlainen menetelmä kaasuseoksessa määritettyjen kemiallisten ainemäärien ilmaisemiseksi ionisoimalla osa molekyyleistä ja johtamalla nämä kaasumolekyylit sähkökentän läpi,

joka on järjestetty kuten edellä ilmaisinkammiossa.

CH-julkaisu 550 399 kuvaa ilman saastumisen mittauslaitteistoa, joka käsittää ensimmäisen ja toisen ilmakondensaattorin, joilla kummallakin on sopiva pituus, jonka läpi ionisoitu saastetta sisältävä ilma virtaa laminaarisesti vakionopeudella. Kondensaattoreissa voi olla taso- tai sylinterimäisiä elektrodeja ja siinä voi olla kaksi tai useampia elektrodeja. Jotta aikaansaadaan eri sähkökenttiä 10 ensimmäisen ja toisen muuttuvan mittaussignaalin synnyttämiseksi imutuulettimen avulla synnytettyyn ilmavirtaan pienen ja suuren positiivisen ionipitoisuuden funktiona, kondensaattorien elektrodit on varustettu eri jännitteillä. Kondensaattorien elektrodien kautta mitatut ulostulosignaa-15 lit vaikuttavat jako- ja summapiirivälineen sisääntuloihin, ulostulon aikaansaadessa lopullisen ulostulosignaalin, joka on pohjana ilman saasteen mittaukselle.

Keksinnön mukaisella menetelmällä ja laitteistolla saadaan aikaan ratkaiseva parannus edellä esitettyihin menetelmiin. Tämän toteuttamiseksi keksinnön mukaiselle menetelmälle ja laitteistolle on pääasiassa tunnusomaista se, mitä on esitetty patenttivaatimuksen 1 ja 5 tunnusmerkkiosissa.

Keksinnön tärkeimpänä etuna voidaan pitää, että ilman tai kaasun kosteudesta johtuva analyysin epätarkkuus voidaan eliminoida. Analyysin luotettavuus paranee. Eerkkyys on suuri ja vasteaika pieni. Muut orgaaniset aineet tai liuottimet tai tupakansavu eivät haittaa vierasaineanalyysia.

Seuraavassa keksintöä selitetään oheisiin piirustuksiin viittaamalla, joissa kuvissa

Kuva 1 esittää kaaviokuvaa keksinnön mukaisesta mittauslaitteistosta. Kuva 2 esittää kaaviokuvaa toisesta laitteiston toteutusmuodosta. Kuvassa 1 on esitetty keksinnön mukainen laitteisto. Analysoitava kaasu imetään putkeen 1, suodatetaan lämmitettävällä suotimella 2 ja johdetaan ionisaatiokennoon 3, joita sinänsä voi olla useita rinnan tai peräkkäin, ja joka voi olla esim. FI-patentin 75055 mukainen tai mikä tahansa muu kaasujen ionisointiin perustuva kaasuanalyysilaite, sekä tämän jälkeen kaasu johdetaan puolijohdekennoon, joita voi olla useita rinnan tai peräkkäin.

5

- Vaihtoehtoisena ratkaisuna on sijoittaa kuvan 2 mukaisesti ionisaatiokennot ja puolijohdekennot rinnakkaisesti kaasuvirtaukseen siten, että kaasu jaetaan analysoitavaksi kummallekin kennolle/kennostolle.
- Puolijohdekenno voi ratkaisussa olla mikä tahansa puolijohteen pinnan ja kaasun väliseen reaktioon perustuva kaasuanturi, joka sinänsä perustuu tunnettuun tekniikkaan. Keksinnön mukaisessa laitteistossa käytetään kaasuanalyysin suorittamiseen samanaikaisesti kaikkien mittauskennojen antamia signaleja suorittaen niistä laskelmia sekä muita päätelmiä kaasujen paremmaksi erottelemiseksi toisistaan eri olosuhteissa.
- Kaasu varataan esim. alfa- tai beetasäteilylähteestä 4

  25 lähetettävällä säteilyllä. Kaasu johdetaan mittausputkeen

  5. Keräyskentässä kenttäelektrodeissa on jännitteet V<sub>1</sub>,

  V<sub>2</sub>,... V<sub>n</sub>. Taustalevyjännite on V<sub>T</sub>. Keräyskentässä kaasun

  varautuneet kevyet ionit kerätään pois kenttäelektrodeihin

  V<sub>n</sub>. Mittauskammiossa pidemmälle ehtineet jäljelle jääneet

  30 raskaat ionit aiheuttavat kammion reunassa oleville elekt
  rodeille ionivirran I<sub>n</sub>, joka rekisteröidään. Jokaisesta

  arvosta I<sub>n</sub>, jossa n on kokonaisluku, esim. 1-6, muodostetaan

  diagrammi, jonka muoto kuvaa analysoitavaa ainetta.
- 35 Edelleen kaasu johdetaan puolijohdekennolle 6, joka on muodostettu esim. tinadioksidi(SnO<sub>2</sub>)kiteestä. Seostusta muuttamalla saadaan eri aineille, esim. sinappikaasulle, herkkä

analysointilaite. Edellä mainitulla menetelmällä ja puolijohdekennolla saadut signaalit kerätään yhteen ja analysoidaan yhdessä esim. tietojenkäsittelylaitteessa 7. Kaasu,
jota puolijohdekennolla analysoidaan yhdessä, on edullisesti sellainen kaasu, joka kosteana analysoitaessa ei anna
signaalia edellä mainitulla ionisaatiomenetelmällä vaan
ainoastaan puolijohdekennolla mitattaessa. Esimerkkinä
tällaisesta kaasusta on sinappikaasu.

10 Kokeita vaarallisia aineita sisältävästä kaasusta on tehty eri kosteuspitoisuuksissa ionisaatikennon ja puolijohdekennon ollessa asennettu peräkkäin tai vierekkäin. Suhteelliset kosteudet olivat 10, 50 ja 90 %. Kaasuvirtaus ohjattiin kanavan läpi pumpulla. Taulukossa A vastaa ionisaatiokennoa ja B puolijohdekennoa.

Seuraava taulukko esittää kokeiden tulokset:

20	Laite, joka antoi	Pitoisuus	Kosteus	Vasteaika
20	vasteen	mg/m³	8	8
	B B	0,2 0,2	90	1
25	B A	6 6	10 90	9 12
	B A	10 10	10 50 10	28 9 9

Tulokset osoittavat, että sinappikaasun läsnäolo voidaan
havaita tehokkaimmin käyttämällä ionisaatiokennon ja puolijohdekennon yhdistelmää alhaisissa pitoisuuksissa ja kaikissa suuhteellisissa kosteuspitoisuuksissa ja erityisesti
kohtalaisissa ja suuremmissa kosteuspitoisuuksissa.

Olemme selittäneet keksintöä vain yhteen sen edulliseen toteuttamisesimerkkiin viitaten. Edellä ja piirustuksissa esitetyt ratkaisut ovat esimerkkejä, joilla ei millään tavoin haluta rajoittaa keksintöä, vaan kaikki muunnokset patenttivaatimusten määrittelemän keksinnöllisen ajatuksen puitteissa ovat luonnollisesti mahdollisia.

#### **PATENTTIVAATIMUKSET**

1. Menetelmä kaasun vierasainepitoisuuden havaitsemiseksi, jossa menetelmässä kaasu johdetaan virtauskanavaan (1), jossa kaasu suodatetaan ja lämmitetään, jonka jälkeen kaasu ohjataan mittauskennoihin (3, 6), t u n n e t t u siitä, että analysoitava kaasu johdetaan rinnakkain tai peräkkäin sijoitettuun ainakin yhteen ionisaatio- ja ainakin yhteen puolijohdekennoon (3, 6).

10

15

20

25

- 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kaasun analysoimiseksi eri olosuhteissa käytetään rinnakkain tai peräkkäin sijoitettujen ionisaatiokennojen (3) sekä puolijohdekennojen (6) antamia signaaleja samanaikaisesti hyödyksi kaasun analysoimiseksi.
- 3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kaasu varataan ja johdetaan virtaus- kanavaan, kaasun kevyet ionit kerätään pois keräyskentässä, kaasun raskaiden ionien aiheuttamat kenttävirrat rekisteröidään.
- 4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sama kaasu ohjataan edelleen puolijohde-kennolle (6) jonkin tietyn aineen läsnäolon selvittämi-seksi.
- 5. Laitteisto kaasun vierasainepitoisuuden havaitsemiseksi, jossa laitteistossa on virtauskanava (1, 5) kaasun johtamiseksi siihen, kaasun suodatus- ja lämmityslaitteet (2) ja mittauskennot (3, 6), t u n n e t t u siitä, että kaasun analysoimiseksi käytetyt mittauskennot (3, 6) muodostuvat rinnakkain tai peräkkäin sijoitetusta ainakin yhdestä ionisaatio- ja ainakin yhdestä puolijohdekennosta (3, 6).

35

#### **PATENTKRAV**

1. En metod för observation av halt av främmande ämne i gas, i vilken metod gas leds till en flödeskanal (1), i vilken gasen filtreras och uppvärms, varefter gasen styrs till mätningsceller (3, 6), känneteck nad av att gasen som analyseras leds till åtminstone en joniserings- och åtminstone en halvledarcell (3, 6) som placerats parallellt eller efter varandra.

10

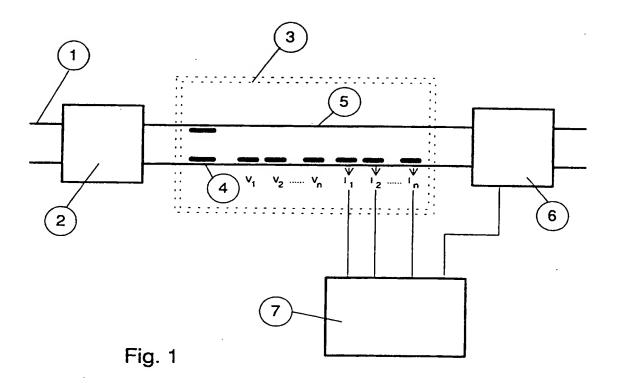
15

- 2. En metod enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d av att för analysering av gasen i olika förhållanden utnyttjas samtidigt de signaler som de parallellt eller efter varandra placerade joniseringscellerna (3) samt halvledarcellerna (6) sänder för att analysera gasen.
- 3. En metod enligt patentkrav 1, kännetecknad av att gasen reserveras och leds till flödeskanalen, gasens lätta joner uppsamlas i uppsamlingsfältet, de av gasens tunga joner förorsakade fältströmmarna registreras.
- 4. En metod enligt patentkrav 1, kännetecknad av att samma gas leds vidare till halvledarcellen (6) för att klarlägga närvaron av något specifikt ämne.

25

20

- 5. Apparatur för observation av halt av främmande ämne i gas, vilken apparatur har en flödeskanal (1, 5) för att leda gasen till densamma, filtrerings- och uppvärmnings- anordningar (2) för gasen samt mätningsceller (3, 6),
- kännetecknad av att mätningscellerna (3, 6) som används för analyseringen av gasen består av åtminstone en joniserings- och åtminstone en halvledarcell (3, 6) som placerats parallellt eller efter varandra.



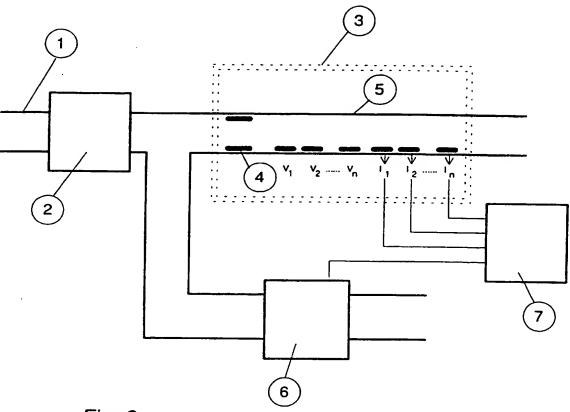


Fig. 2

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
Потигр.

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.